

DIALOG(R)File 352:Derwent WPI
(c) 2004 Thomson Derwent. All rts. reserv.

014772755 **Image available**

WPI Acc No: 2002-593461/ 200264

XRFX Acc No: N02-471044

**Electronic device has aluminum electrode and getter agent which has
carbondioxide gas adsorption facility, arranged in airtight space**

Patent Assignee: STANLEY ELECTRIC CO LTD (SNLE)

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

| Patent No | Kind | Date | Applicat No | Kind | Date | Week |
|---------------|------|----------|---------------|------|----------|----------|
| JP 2002124375 | A | 20020426 | JP 2000314697 | A | 20001016 | 200264 B |

Priority Applications (No Type Date): JP 2000314697 A 20001016

Patent Details:

| Patent No | Kind | Lan Pg | Main IPC | Filing Notes |
|---------------|------|--------|---------------|--------------|
| JP 2002124375 | A | | 6 H05B-033/04 | |

Abstract (Basic): **JP 2002124375 A**

NOVELTY - The electronic element has an aluminum electrode and a
getter agent (11) which has carbon dioxide gas adsorption facility,
arranged in airtight space.

USE - For electronic device such as electroluminescent device using
getter agent.

ADVANTAGE - Corrosion of the cathode is prevented, since the
carbondioxide in the airtight space is adsorbed by the getter agent.
Cheap electronic device is produced.

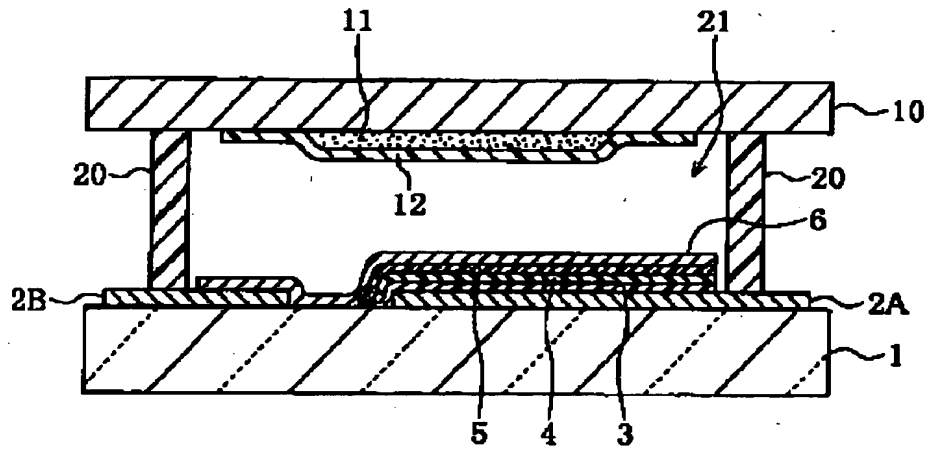
DESCRIPTION OF DRAWING(S) - The figure shows a sectional view of
electronic device. (Drawing includes non-English language text).

Getter agent (11)

pp; 6 DwgNo 1/2

D:\Program Files\Dialog\DialogLink\Graphics\31.bmp

実施例による電子装置



Title Terms: ELECTRONIC; DEVICE; ALUMINIUM; ELECTRODE; GETTER; AGENT; GAS; ADSORB; FACILITY; ARRANGE; AIRTIGHT; SPACE

Derwent Class: U11; U14; X26

International Patent Class (Main): H05B-033/04

International Patent Class (Additional): H05B-033/14

File Segment: EPI

Manual Codes (EPI/S-X): U11-D01C; U14-J02B; X26-J

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号
特開2002-124375
(P2002-124375A)

(43)公開日 平成14年4月26日(2002.4.26)

(51)Int.Cl.⁷

H 0 5 B 33/04
33/14

識別記号

F I

H 0 5 B 33/04
33/14

テーマコード(参考)

3 K 0 0 7

A

審査請求 未請求 請求項の数3 O L (全 6 頁)

(21)出願番号 特願2000-314697(P2000-314697)

(22)出願日 平成12年10月16日(2000.10.16)

(71)出願人 000002303

スタンレー電気株式会社
東京都目黒区中目黒2丁目9番13号

(72)発明者 田中 聡

東京都目黒区中目黒2-9-13 スタンレー電気株式会社内

(72)発明者 小川 昭雄

東京都目黒区中目黒2-9-13 スタンレー電気株式会社内

(74)代理人 100091340

弁理士 高橋 敬四郎 (外2名)

最終頁に続く

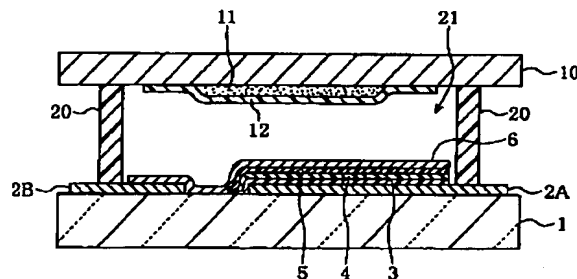
(54)【発明の名称】 ゲッター剤を用いた電子装置

(57)【要約】

【課題】 陰極の腐食を防止し、かつコスト上昇を回避することができる電子装置を提供する。

【解決手段】 気密部材が、その内部に気密な空間を画定する。気密部材で画定された気密空間内に、主としてアルミニウムを含む材料からなる電極を有する電子素子が配置されている。さらに、気密空間内に、CO₂ガス吸着能を有するゲッター剤が装填されている。

実施例による電子装置



【特許請求の範囲】

【請求項1】 内部に気密な空間を画定する気密部材と、
前記気密部材で画定された気密空間内に配置され、主としてアルミニウムを含む材料からなる電極を有する電子素子と、
前記気密空間内に配置され、 CO_2 ガス吸着能を有するゲッター剤とを有する電子装置。

【請求項2】 さらに、前記ゲッター剤を前記気密部材に固定する固定部材を有する請求項1に記載の電子装置。

【請求項3】 前記固定部材が粘着テープである請求項2に記載の電子装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、ゲッター剤を用いた電子装置に関し、特に、主としてアルミニウムを含む材料からなる電極を有する電子素子を気密空間内に配置した電子装置に関する。

【0002】

【従来の技術】有機エレクトロルミネッセンス素子（有機EL素子）を有する発光装置を例にとって従来例を説明する。

【0003】ガラス基板上に、インジウムティンオキサイド（ITO）からなる陽極、有機層、及びアルミニウム（Al）からなる陰極が積層された有機EL素子が形成されている。ガラス基板の他の領域上にITOからなる引出電極が形成されている。有機EL素子の陰極は、ガラス基板上を經由して引出電極上まで延在している。

【0004】このガラス基板上の有機EL素子に、ある間隔を隔てて対向するように封止蓋が配置される。封止蓋とガラス基板とは、その周辺部においてシール部材によりシールされる。封止蓋の内面に、水分を吸着するためのゲッター剤が固定用テープ等で固定されている。陽極及び引出電極は、シール部材でシールされた領域よりも外側まで導出されている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】従来の発光装置を、85℃程度の雰囲気中に放置しておくと、ITOからなる引出電極上のAl陰極に腐食が発生する場合がある。陰極材料としてAlの代わりに金（Au）を使用すると腐食の問題は生じないが、コスト上昇につながる。

【0006】本発明の目的は、陰極の腐食を防止し、かつコスト上昇を回避することができる電子装置を提供することである。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明の一観点によると、内部に気密な空間を画定する気密部材と、前記気密部材で画定された気密空間内に配置され、主としてアルミニウムを含む材料からなる電極を有する電子素子と、

前記気密空間内に配置され、 CO_2 ガス吸着能を有するゲッター剤とを有する電子装置が提供される。

【0008】本願発明者らの評価実験によると、気密空間内に放出された CO_2 ガスが、アルミニウムの腐食の一つの原因になっていると考えられる。気密空間内に、 CO_2 ガス吸着能を有するゲッター剤を配置することにより、腐食の原因となる CO_2 ガスを吸着し、電極の腐食を防止することができる。

【0009】

【発明の実施の形態】図1に、本発明の実施例による発光装置の断面図を示す。透明ガラス基板1の表面上にITOからなる陽極2A及び取出電極2Bが、相互に離れて形成されている。陽極2Aの上に、正孔輸送層3、島状薄膜4、及び電子輸送層5がこの順番に積層されている。これらの3層は、取出電極2B側の端部において陽極2Aの側面を覆う。また、ガラス基板1の縁近傍では、陽極2Aの端部近傍の上面が露出している。

【0010】正孔輸送層3は、N，N'-ジフェニル-N，N'-ビス（3-メチルフェニル）-1，1'-ビフェニル-4，4'-ジアミン（以下、TPDと略記する）からなる厚さ60nmの層である。TPD層は、例えば、圧力 1×10^{-4} Pa、蒸着速度0.01～1nm/sの条件で、真空蒸着により堆積される。

【0011】島状薄膜4は、5，6，11，12-テトラフェニルナフタセン（ルブレン）からなる平均膜厚0.1nmの層である。ルブレンの単分子膜の厚さは、理論的に約1nmである。すなわち、島状領域4の平均膜厚はルブレンの単分子膜の厚さよりも薄い。ルブレン膜は、例えば、正孔輸送層3の成膜条件と同様の条件の下で、真空蒸着により堆積される。

【0012】本明細書において、島状薄膜の平均膜厚とは、成膜条件から推定した膜厚の平均値を意味する。蒸着面における単位面積当たりの島状薄膜の質量とその比重とから、島状薄膜の平均膜厚を推定することができる。例えば、ルブレン膜を成膜する真空チャンバ内に設置した水晶共振器の共振周波数の変化から、蒸着面上に堆積した膜の単位面積当たりの質量を求めることができる。成膜時間と堆積した膜の質量との関係を示す検量線を、種々の成膜条件の下に予め作成しておくことにより、堆積した島状薄膜の平均膜厚を推定することができる。

【0013】電子輸送層5は、トリス（8-ヒドロキシキノリノール）アルミニウム錯体（以下、Alq3と略記する）からなる厚さ60nmの層である。電子輸送層5は、正孔輸送層3の成膜条件と同様の条件の下で真空蒸着により堆積される。

【0014】電子輸送層5の表面上から、陽極2Aと引出電極2Bとの間のガラス基板1の表面上を經由し、引出電極2Bの表面上までの領域を、陰極6が覆う。陰極6は、アルミニウムで形成され、その膜厚は150nm

である。アルミニウム膜は、圧力 5×10^{-3} Pa、蒸着速度 2 nm/s の条件で、真空蒸着される。なお、引出電極2 Bの上面のうちガラス基板1の縁の近傍の領域は、陰極6で覆われず露出している。

【0015】ガラスもしくは金属からなる背面基板10が、ある間隙を隔てて陰極6に対向するように配置されている。背面基板10の対向面上に、粉末のゲッター剤11が、粘着テープ12で覆われて固定されている。粘着テープ12は、水蒸気や CO_2 ガスを透過させる。

【0016】ガラス基板1と背面基板10との外周部近傍が、シール部材20でシールされ、両者の間に気密な空間21が画定されている。シール部材20として、紫外線硬化型エポキシ樹脂製のシール剤を用いた。

【0017】2種類のゲッター剤11及び2種類の粘着テープ12を用い、4種類のサンプルA～Dを作製した。サンプルAは、BaOを主成分とするゲッター剤、及びポリイミドをベースとする粘着テープを用いたものである。サンプルBは、サンプルAのゲッター剤と同一のゲッター剤、及びN社製の粘着テープを用いたものである。サンプルCは、SAES getters社製のゲッター剤（商品名GDO/CA-50/20×12）、及びサンプルBの粘着テープと同一の粘着テープを用いたものである。サンプルDは、サンプルCのゲッター剤と同一のゲッター剤、及びサンプルAの粘着テープと同一の粘着テープを用いたものである。SAES getters社製のゲッター剤は、CaOを主成分としたものである。

【0018】サンプルA～Dを、温度 85°C の環境下に放置すると、サンプルA及びBにおいて、取出電極2 B上の陰極6が腐食する現象が生じた。腐食した部分をX線電子分光法（XPS）で分析したところ、アルミニウムが酸化されていることがわかった。ところが、サンプルC及びDでは、陰極6の腐食は見られなかった。本願発明者らは、サンプルA及びBで陰極6の腐食が発生した原因は、気密空間21内に配置された種々の材料からの脱ガスであると考えた。そこで、サンプルA～Dにつ

いて、室温から 85°C まで加熱したときに生ずる脱ガスの成分を測定した。

【0019】図2に、脱ガス成分の測定装置の概略を示す。試料室30内に無酸素銅板31が配置され、その上に測定対象のサンプル50が載置される。試料室30内は、ゲートバルブ33を介してターボ分子ポンプ34及びロータリポンプ35により真空排気される。加熱用ランプ32が無酸素銅板31を加熱する。熱電対37が、無酸素銅板31の温度を測定する。試料室30の上蓋に破壊器36が取り付けられている。破壊器36は、直線状の破壊棒を試料室30内に導入することにより、試料50を破壊することができる。

【0020】四重極質量分析計（Q-Mass）40が、ストレート系ガス導入バルブ41を介して、試料室30に接続されている。オリフィス系ガス導入バルブ42が、ストレート系ガス導入バルブ41に並列に接続されている。ストレート系ガス導入バルブ41とQ-Mass 40とを接続するガス流路内が、ターボ分子ポンプ43とロータリポンプ44により真空排気される。

【0021】次に、脱ガス成分の測定方法について説明する。測定サンプルを無酸素銅板31上に載置し、破壊器36でサンプルのガラス基板1を破壊する。その後、試料室30内を圧力 5×10^{-5} Paまで真空排気し、ゲートバルブ33を閉じる。オリフィス系ガス導入バルブ42を開いた状態で、Q-Mass 40により試料室30内のガス成分を5分間測定する。この時の測定値を初期値とする。

【0022】初期値を測定した後、オリフィス系ガス導入バルブ42を閉じた状態で加熱用ランプ32により無酸素銅板31を 85°C まで加熱する。温度 85°C を2時間維持した後、オリフィス系ガス導入バルブ42を 90° 開き、脱ガス成分を5分間測定する。表1に、初期値を1としたときの種々の質量数のガスの測定結果を示す。

【0023】

【表1】

| サンプル | 質量数 | | 2 | 14 | 16 | 17 | 18 | 22 | 28 | 32 | 44 |
|------|------|--|----------------|-----------------------------|----------------|---------------|------------------------|-----------------|---------------------------|----------------|-----------------|
| | イオン種 | | H_2^+ | $\text{N}_2^+, \text{CO}^+$ | O_2^+ | OH^+ | H_2O^+ | CO_2^+ | CO^+, N_2 | O_2^+ | CO_2^+ |
| A | | | 3.3 | 3.1 | 2.6 | 2.4 | 2.7 | 110.7 | 6.0 | 2.0 | 1.4 |
| B | | | 25.0 | 7.7 | 11.0 | 28.6 | 30.1 | 25.6 | 4.9 | 6.6 | 8.5 |
| C | | | 0.6 | 3.3 | 2.6 | 1.9 | 1.4 | 2.3 | 2.1 | 1.6 | 0.5 |
| D | | | 2.8 | 4.9 | 2.6 | 1.7 | 1.2 | 1.8 | 3.2 | 2.6 | 1.2 |

【0024】サンプルA及びBの測定結果を、サンプルC及びDの測定結果と比較すると、サンプルA及びBでは、質量数22（ CO_2^+ ）のガス成分が著しく多く検出されていることがわかる。

【0025】次に、サンプルA及びDを大気中で温度 85°C の環境下に放置した後に、図1に示した電子装置の気密空間21内にどれだけの量の CO_2 ガスが発生して

いるか測定した。以下、測定方法について、簡単に説明する。

【0026】図2に示した測定装置の試料室30内にサンプルを配置して試料室30内のガス成分を測定した。この測定値を初期値とした。破壊器36でサンプルを破壊し、サンプルの気密空間21内のガスが試料室30内に満たされた後に、試料室30内のガス成分を測定し

た。表2に、初期値を1としたときの種々の質量数のガスの測定結果を示す。

【0027】

【表2】

| 質量数 サンプル イオン種 | 2 | 14 | 16 | 17 | 18 | 22 | 28 | 32 | 44 |
|------------------|-----------------------------|---|-----------------------------|-----------------|-------------------------------|------------------------------|----------------------------------|-----------------------------|------------------------------|
| | H ₂ ⁺ | N ₂ ⁺ , CO ⁺ | O ₂ ⁺ | OH ⁺ | H ₂ O ⁺ | CO ₂ ⁺ | CO ⁺ , N ₂ | O ₂ ⁺ | CO ₂ ⁺ |
| A | 0.92 | 0.92 | 0.92 | 0.92 | 0.92 | 251.9 | 392.4 | 410.9 | 26.2 |
| D | 0.91 | 0.91 | 0.91 | 0.91 | 0.91 | 0.91 | 650.0 | 289.6 | 0.91 |

【0028】表2から、サンプルAにおいては、気密空間21内にCO₂ガスが発生していたが、サンプルDにおいては、ほとんどCO₂ガスが発生していなかったことが分かる。上述の表1及び表2の結果から、陰極6の腐食の原因がCO₂ガスであると推測できる。

【0029】本願発明者らは、サンプルA及びBで使用されているゲッター剤（BaOを主成分とするもの）がCO₂発生の原因と考え、図1に示した粘着テープ12を使用せず、BaOを主成分とするゲッター剤11のみを装填したサンプルEを作製した。このサンプルEについて、表1に示したデータの測定方法と同一の方法で脱ガス成分の測定を行ったところ、質量数22に相当するガスはほとんど検出されなかった。このことから、CO₂の発生源は、BaOを主成分とするゲッター剤ではないと考えられる。

【0030】そこで、本願発明者らは、粘着テープに着

目した。ゲッター剤11を用いず、ポリイミド製の粘着テープ（サンプルA及びDで用いたもの）のみを配置したサンプルF、及びN社製の粘着テープ（サンプルB及びCで用いたもの）のみを配置したサンプルGを作製した。温度85℃の環境下に放置したところ、サンプルGでは陰極6の腐食は見られなかったが、サンプルFではやや腐食が観察された。

【0031】表3に、サンプルF及びGの脱ガス成分の測定結果を示す。サンプルGにおけるCO₂ガスの検出量がサンプルFにおけるCO₂ガスの検出量に比べて、著しく少ないことがわかる。すなわち、ポリイミド製の粘着テープを用いた場合に、CO₂ガスの発生量が多い。

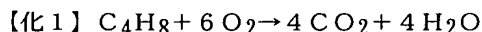
【0032】

【表3】

| 質量数 サンプル イオン種 | 2 | 14 | 16 | 17 | 18 | 22 | 28 | 32 | 44 |
|------------------|-----------------------------|---|-----------------------------|-----------------|-------------------------------|------------------------------|----------------------------------|-----------------------------|------------------------------|
| | H ₂ ⁺ | N ₂ ⁺ , CO ⁺ | O ₂ ⁺ | OH ⁺ | H ₂ O ⁺ | CO ₂ ⁺ | CO ⁺ , N ₂ | O ₂ ⁺ | CO ₂ ⁺ |
| F | 102.7 | 17.1 | 75.7 | 99.3 | 125.1 | 153.3 | 12.3 | 31.9 | 33.9 |
| G | 6611.8 | 1.9 | 2.2 | 1.9 | 5.6 | 8.7 | 6.0 | 32.8 | 12.5 |

【0033】ポリイミド製の粘着テープをガスクロマトグラフ質量分析（GC/MS分析）装置を用いて分析したところ、ブタノールが検出された。N社製の粘着テープからは、ブタノールは検出されなかった。ポリイミド製の粘着テープを用いたサンプルFにおいて、ブタノールから分離したブテンと酸素とが、下記の反応式に従って反応し、CO₂ガスが発生したと推定される。

【0034】



ポリイミド製の粘着テープを85℃の環境下に放置した後の脱ガス成分を測定した。ブタノール及びブテンの検出量は、それぞれ加熱前の初期値の約3.2倍及び約3.9倍であった。一方、N社製の粘着テープの場合には、ブテンの検出量は約2.8倍の増加にとどまった。

【0035】ポリイミド製の粘着テープを、大気中において温度120℃で2時間加熱処理し、粘着テープに含まれているブタノールを気化させた後、ゲッター剤としてBaOを主成分としたものを用いたサンプルHを作製した。すなわち、サンプルHとサンプルAとを比較すると、ポリイミド製の粘着テープが加熱処理されているか否かという点が異なるのみであり、その他の構成は同一である。加熱処理を行っていないポリイミド製の粘着テ

ープを85℃の環境下に放置したときのブタノール及びブテンの検出量が、それぞれ初期値の3.3倍及び3.90倍であったのに対し、加熱処理後のポリイミド製の粘着テープの場合には、それぞれ1.1倍及び9.8倍であった。この測定結果から、120℃で2時間の加熱処理により、ブタノールが気化し、ブタノール含有量が低下していることがわかる。

【0036】サンプルHを温度85℃の環境下に放置したところ、陰極6の腐食は発生しなかった。この結果から、陰極6の腐食の原因が、ブテンと酸素との反応によるCO₂ガスであるとの推測が支持される。

【0037】なお、上記反応式の左辺の酸素は、図1に示したシール後の電子装置の気密空間21内に外部から侵入したものと考えられる。この推測を検証するため、シール後の電子装置を85℃の大気中に2日間放置し、気密室内の酸素ガス量を測定した。まず、図2に示した測定装置の試料室30内に、85℃の環境下に2日間放置した電子装置を配置し、ガス成分を検出して初期値とした。

【0038】破壊器36で電子装置を破壊した後のガス成分を測定したところ、酸素ガスの検出量が初期値の約2360倍になった。この検証結果から、電子装置内に

外部から酸素が侵入したとの推測が支持される。

【0039】以上の検証から、図1に示した気密空間21内に発生した CO_2 ガスが、陰極6の腐食の原因になっているとの推測が支持される。

【0040】サンプルDはポリイミド製の粘着テープを使用しているにも関わらず、表1及び表2に示したように、85℃まで加熱した時の CO_2 ガスの発生が少ない。これは、SAES getters社製の CaO を主成分としたゲッター剤が、 CO_2 ガスを吸着する性質を持っているためと考えられる。

【0041】上記評価実験では、図1に示した陰極6の材料としてAlを用いたが、陰極6をLi層とAl層との2層構造、LiF層とAl層との2層構造、及びLi₂O層とAl層との2層構造とした場合にも、同様の評価結果が得られた。Al層とITO層との間に配置されるLi層等は、両者の界面におけるポテンシャル障壁を低くする。

【0042】上述の評価実験及び考察から、気密な空間内に、主としてアルミニウムを含む材料からなる電極を有する電子素子が配置された電子装置において、気密空間内に、 CO_2 ガス吸着能を有するゲッター剤を配置することにより、電極の腐食を防止できることが期待される。特に、酸素と反応して CO_2 を発生する物質、例えばブタノールやブテン等を含有する粘着テープでゲッター剤を固定した場合に、高い効果が期待できる。

【0043】上記実施例では、有機EL素子を有する電子装置を例にとって、本発明を説明した。本発明は、有機EL素子に限らず、主としてアルミニウムを含む材料からなる電極を有する電子素子を有する電子装置に適用することが可能である。

【0044】以上実施例に沿って本発明を説明したが、本発明はこれらに制限されるものではない。例えば、種々の変更、改良、組み合わせ等が可能なことは当業者に

自明であろう。

【0045】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によると、気密空間内に CO_2 ガスを吸着するゲッター剤を装填することにより、Al電極の腐食を防止することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】実施例による電子装置の断面図である。

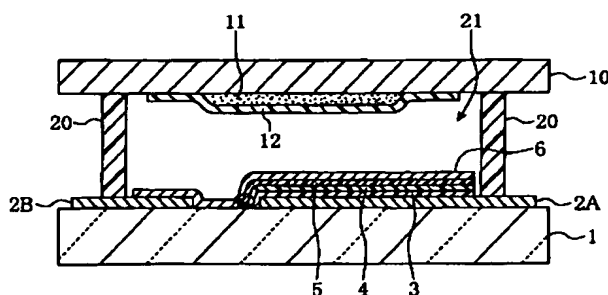
【図2】脱ガス測定装置の概略図である。

【符号の説明】

- 1 ガラス基板
- 2 A 陽極
- 2 B 引出電極
- 3 正孔輸送層
- 4 島状薄膜
- 5 電子輸送層
- 6 陰極
- 10 背面基板
- 11 ゲッター剤
- 12 粘着テープ
- 20 シール部材
- 30 試料室
- 31 無酸素銅板
- 32 加熱用ランプ
- 33 ゲートバルブ
- 34、43 ターボ分子ポンプ
- 35、44 ロータリポンプ
- 36 破壊器
- 37 熱電対
- 40 四重極質量分析計
- 41 ストレート系ガス導入バルブ
- 42 オリフィス系ガス導入バルブ
- 50 試料

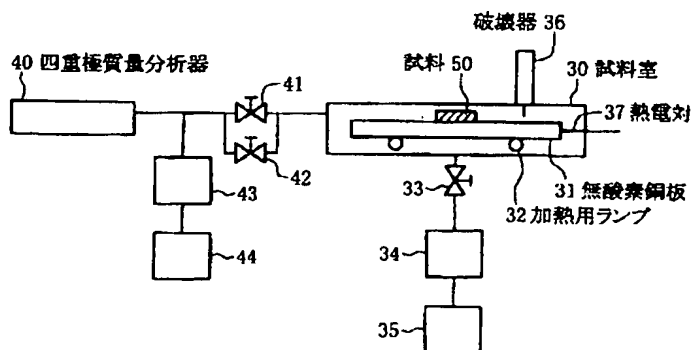
【図1】

実施例による電子装置



【図2】

脱ガス成分測定装置



フロントページの続き

(72)発明者 高山 浩一
東京都目黒区中目黒2-9-13 スタンレ
ー電気株式会社内

(72)発明者 赤木 努
東京都目黒区中目黒2-9-13 スタンレ
ー電気株式会社内

Fターム(参考) 3K007 AB12 AB18 BB01 BB05 CA01
CB01 DA01 DB03 EB00 FA02